

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—21928

⑮ Int. Cl.³
B 01 J 4/00
8/06識別記号
1 0 5庁内整理番号
6703—4G
7202—4G⑬ 公開 昭和57年(1982)2月4日
発明の数 2
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 粒状固形物を管状反応器に装入する方法および装置

⑯ 特 願 昭56—82610

⑰ 出 願 昭56(1981)6月1日

優先権主張 ⑱ 1980年6月2日 ⑲ 西ドイツ
(DE) ⑳ P 3020845.8㉑ 発 明 者 ルードルフ・マギン
ドイツ連邦共和国6707シフアー
シユタツト・ラウレンティウス
シユトラーセ2㉒ 発 明 者 フランツ・ネニンガー
ドイツ連邦共和国6900ハイデルベルク・ツエーリンガーシユト
ラーセ25㉓ 発 明 者 ゲルト・ユルゲン・エンガート
ドイツ連邦共和国6700ルートヴ
イヒスハーフェン・ミューラウ
シユトラーセ4㉔ 出 願 人 バスフ・アクチエンゲゼルシャ
フト
ドイツ連邦共和国6700ルードウ
イツヒスハーフェン・カール
ボツシユーストラーセ38

㉕ 代 理 人 弁理士 田代丞治

明 細 書

1. 発明の名称 粒状固形物を管状反応器に装入す
る方法および装置

2. 特許請求の範囲

(1) 粒状固形物、好ましくは触媒を管状反応器中の多数の管に装入する方法であつて、このために粒状固形物は1基またはそれ以上の貯蔵容器から制御可能な計量装置に導かれ、ここから案内導入装置および曲げ自在のホース結合物を経て充填すべき管に上記固形物を次々と導入する方法に於いて、管(2)の装入中は量的に一定のガス流を作り、このガス流は個々の管が充填されたのち時間的にそれぞれ1箇またはそれ以上の制御自在の弁を経て、この充填管を貫通させ、この場合同時に圧損測定を行い、所定の目標値と比較したこの測定値から少量の追加充填物量を決定し、残り量としてこの測定管内に補充し、このあとプログラム制御により同様にして分配された次の管の機械充填を圧損測定と残り量の補充を行つて実施することを特徴とする方法。

(2) 次々と管内に装入する充填物の主量および残り量を測定する重量計量装置として立上り時間が短く、調整比の高い分配ベルト計量器を用いることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項に記載の方法。

(3) 量的に一定で、時間的に個々の充填管を貫流するガス流が圧流として充填物用の案内導入装置(9)の排出ライン中に開口し、制御自在の弁(V2)を含む管ノズル(4)を経て、前記弁(V2)が開いている時は排出ライン中のもう1つの弁(V1)が同時に閉じており、この場合圧力測定(PIS)がそれぞれの管の充填物充填層の上で行われるようになされていることを特徴とする粒状固形物を管状反応器に装入する装置。

(4) 量的に一定で、時間的に次々と充填管(2)を貫通して流れるガス流が吸引流として発生し、1箇またはそれ以上の吸引圧測定用の時間的に開口する弁(V3)が管(2)の下端に配置されていることを特徴とする特許請求の範囲第(3)項に記載の装置。

(5) 充填物の粉状片用のフィルター(8)が、吸引ポンプ(7)を弁(V3)を経て管(2)の下端と結合するライン(5a)内に配置されていることを特徴とする特許請求の範囲第(4)項に記載の装置。

(6) 閉閉接点を有する圧力測定装置(PIS)を用い、これにより計量装置(3)の調整比を精密分配の範囲内で補充する充填物の残り量を自動的に変えることを特徴とする特許請求の範囲第(3)乃至(5)項の1つに記載の装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は粒状固形物、好ましくは触媒を管状反応器内の多数の管に機械的に装入する方法と、この方法を実施するための装置に関するものであり、制御自在の計量装置と特に充填物の主量を装入後全体の管を個々に次々とプログラム化自在の圧損測定の入力を取入れて、個々の測定で得られた制御値を計量装置に投入して残り量を装入するものである。

ドイツ連邦共和国特許出願第P 2849664号には粒状固形物、好ましくは触媒を連続的に搬送し、

全充填したのちに2つの作業工程が尚必要であつた。すなわち、個々の管の差圧測定と、管全部に等しい圧損を作る目標値との圧力の比較である。この作業工程はそれ自体労力と時間的消費をとまなうもので、これは本来の充填工程の消費に匹敵するもので、すなわち例えば反応器あたり700マン・アワーになる。

本発明の目的は前記の出願から公知の機械的手段を用いて管状反応器への加速装入を行う機械的方法を既に充填中に圧損比較を行つて反応器の完全充填後の追加圧力比較を省略することである。

本発明ではこの目的は管の装入中は量的に一定のガス流を作り、このガス流は個々の管が充填されたのち時間的にそれぞれ1箇またはそれ以上の制御自在の弁を経てこの充填管を貫通させ、この場合、同時に圧損測定を行い、所定の目標値と比較したこの測定値から少量の追加充填物量を決定し、残り量としてこの測定管内に補充し、このあとプログラム制御により同様にして分配された次の管の機械的充填を圧損失測定と残り量の補充を

制御自在の分配装置、例えば分配ベルト計量器を用いて案内装置を経て反応管内に装入する方法が記載されている。この方法は均一に調整された固形物を用いてもプログラム制御されるほか、種々の性質の混合固形物で実施できる。

この機械的充填分配方法は再現性が高いが、規模の大きな工業用反応器の充填では個々の充填管の圧損の変動は大きい。これは本質的には2つの原因に由来する。すなわち、規模の大きい工業用反応器の充填には約50トンまたはそれ以上の触媒量を用いられる。このような多量を製造する場合には必然的に物理的性質、例えば高密度、表面粗滑度、破砕強度等に多少の差が生じる。

例えば40,000本までの単一管を有する工業管状反応器の場合には正確に等しい内径の管のみを用いることは實際上不可能である。管寸法の許容度は例えばアクリル酸反応用管状反応器の場合 $\pm 1.5\%$ であり、DIN規格では $\pm 2.5\%$ が許容される。

プロセス技術上の理由から個々の管の圧損に大差が生じてはならないため、これまで反応器の完

行つて実施して達成されるものである。

本発明の方法は先に記載の出願公開公報から公知の充填固形物の重量的分配を基礎とするものである。変化する混合物の代りにこの固形物の均一充填物を得るという要望は充填工程を連続的にを行い、特に充填物を一定の質量流で重量的に作用する計量装置を経て管内に装入することにより達成される。計量装置としては特に分配ベルト計量器または変化する質量流に対して調整比が高い比較可能な重量的に搬送する分配装置が適当である。

本方法を実施するのに2つの異なつた装置が考えられる。添付図面の第1図によるシステムⅠは反応器がその反応管管束への装入をその上端のみから行うときのものである。第2図のシステムⅡでは反応器はその上端からも、下端からも装入を行えるものである。システムⅡでは場合によつては充填する固形物の粉状細片をフィルターで濾過できるので、この点利点を得られる。

システムⅠによる充填方法

全体の装置は第1図に略示してある。充填は次

のように行われる。

1. 主配分

反応管(2)は所定時間 T_1 の間分配ベルト計量器(3)を用いて充填物が一定の質量流 m_1 で充填される。

m_1 と T_1 は充填量 $M_1 = m_1 \cdot T_1$ が全充填量 M よりもやゝ少くなるよう選択する。

$$M = \int_0^T \dot{m}(t) dt; M_1 < M$$

T = 管当りの全充填時間

M = 管当りの全充填量

M_1 は M よりも僅かに小さいだけのものとし、実験的に決めるのがよい。

2. それぞれ個々の管(2)は充填時間 T_1 を経過したのち、弁 V_1 を閉じ、弁 V_2 を短時間開放する。管内に充填された量 M_1 中に管ノズル(4)を経て貫流制御により一定流量のガス流が流入する。充填する管(2)の下部開口は直接大気に接している。管(2)内の装入充填物 M_1 を経てある圧力、即ち有効圧 p_e が生じ、これは充填物 M_1 の圧損に相当する。測定値 p_1 は量 M に相当する所定の目標値と比較さ

れる。

それぞれの管(2)内の充填物の圧力損失を正確に測定できるようにするために反応管の上方前面端と曲げ自在の織物ホース(5)の充填ノズル間には気密遮断が必要であり、これにより弁 V_1 の下方の排出ラインは次々と充填すべき管(2)と接続することができる。一番簡単な場合は中間に軟パッキン5を配した充填ノズルを手で押しつぶして行うことである。この工程の自動化は電磁石(6)を用いて行ことができ、この電磁石は円錐形充填ノズルを環状で囲み、圧力測定期間中このノズルを反応管(2)の端部に押しつけるもので、この電磁石(6)はプログラム制御により稼動される。

システムⅡ(第2図)による充填方法

制御自在の分配ベルト計量器(3)と反応管に接続する曲げ自在の織物ホース(5)とから成る反応管(2)用の充填・分配システムはシステムⅠと同じである。一定のガス流を作る装置、好ましくは流量制御吸引ポンプ(7)はこの場合反応器の下端に接続している。管(2)の下方前面端に対して曲

れ、今後配分すべき追加充填量 $M - M_1$ が計算される。 $p - p_1$ と $M - M_1$ との関係はほぼ直線関係である。

3. このあと、次の管(2)への主配分状態が繰返し設定される。不足量 $M - M_1$ が補充される。このためにシステム全体に時間的な影響を与えるプログラム制御にもとずき分配ベルト計量器(3)の速度が変えられ、即ちこの計量器を用いて精密分配が行われる。特別の利点はこれまで用いられてきた粗密分配装置の代りに特に調整率が高く、立上り時間が極めて短い分配ベルト計量器をこのために配置されたことである。この粗密分配に当り分配ベルト計量器はスタート・ストップ運転の型で稼動されるので、公知の種類のプログラム制御が組立てられる。

4. 工程3の終了後、従つて時間 T 経過後、前記第(2)項に記載のようにその状況に応じて管(2)内の充填物の制御上の圧力測定が行われる。測定値が一定の許容範囲を設けた目標値 p から逸脱するときは、プログラム制御の範囲内で信号伝達さ

げ自在ホース(5a)を気密にすることはシステムⅠの場合と同様に行われる。それぞれの管(2)は管の充填物の圧損が所定の値に達するまで固形物を装入する。2箇またはそれ以上の開閉接点がある圧力測定装置PISを設け、この圧力測定装置を経て時間的に次々に行う主分配と精密分配を分配ベルト計量器(3)を用いて行うのがよいことが判つた。これにより分配精度が向上し、それぞれの管(2)内に追加充填物としてあとで補給する分配システム内の滞留量(ホールド・アップ)を減少させることができる。

システム全体から充填する固形物の粉状細片を十分に除去するためには、ガス流を反応器の上端から下端に流すこと、すなわち、反応器の下端に貫流制御器を有する真空発生器(7)を設けることが好ましい。この真空系の吸引側に脱塵器(8)を設けることができる(第2図)。

而、システムⅠ、Ⅱでは切換装置(9a)を有する案内導入装置(9)を用いて分配ベルト計量器(3)の下方にそれぞれの充填システムを複数配置するこ

とができる。第2図ではこのような二重配置が模式的に図示してある。切換装置(9a)はこの場合中央プログラム制御に組込まれる。

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図は本発明の実施態様を示す模式図である。

2…反応管、3…分配ベルト計量器、4…管ノズル、5…織物ホース、6…電磁石、7…真空発生器、8…除塵器、9…案内導入装置、9a…切換装置、 V_1 、 V_2 、 V_3 …弁

特許出願人 バスフ アクチエンゲゼルシャフト

代理人 弁理士 田 代 丞

